

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05201731 A**

(43) Date of publication of application: **10.08.93**

(51) Int. Cl. **C01G 15/00**
H01B 1/00
H01B 1/08
H01B 1/14
H01B 5/00

(21) Application number: **03293931**

(22) Date of filing: **15.10.91**

(71) Applicant: **MITSUBISHI MATERIALS CORP**

(72) Inventor: **HAYASHI TOSHIHARU**
NISHIHARA AKIRA

(54) **HYPERFINE PARTICLE LOW RESISTANT TIN
DOPE INDIUM OXIDE POWDER AND
PRODUCTION THEREOF**

(57) Abstract

PURPOSE: To provide hyperfine particle low resistant tin dope indium oxide powder and production thereof.

CONSTITUTION: Mixed water solution of indium chloride and tin chloride and ammonium carbonate are mixed to coprecipitate hydroxides of indium and tin at 5-95°C under the conditions that the final pH is 2-8 and the precipitate is heat-decomposed, causing hyperfine particle low resistant tin dope indium oxide powder (ITO powder) having 0.005-0.3 Sn/In composition

ratio $\approx 10\text{m}^2/\text{g}$ specific surface area (BET value), $\leq 70\Omega\text{cm}$ specific resistance, $\leq 0.1\%$ impurity chlorine, $\leq 10\text{ppm}$ impurity sodium and potassium and $\leq 10\text{ppm}$ free indium and tin. Since the ITO powder is hyperfine particles of $\leq 0.08\mu\text{m}$ particle diameter, preferably of $\leq 0.03\mu\text{m}$ and has high conductivity of $\leq 70\Omega\text{cm}$, preferably of $\leq 15\Omega\text{cm}$, resin or coating material where the powder is dispersed has excellent transparency and conductivity to get resin or a conductive coated film without deterioration with the elapse of time such as discoloration.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-201731

(43)公開日 平成5年(1993)8月10日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 1 G 15/00	B	7305-4G		
H 0 1 B 1/00	Z	7244-5G		
1/08		7244-5G		
1/14	A	7244-5G		
5/00	Z	7244-5G		

審査請求 未請求 請求項の数5(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平3-293931

(22)出願日 平成3年(1991)10月15日

(71)出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72)発明者 林 年治

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社中央研究所内

(72)発明者 西原 明

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 広瀬 章一 (外2名)

(54)【発明の名称】 超微粒低抵抗スズドーパ酸化インジウム粉末とその製法

(57)【要約】

【目的】超微粒低抵抗スズドーパ酸化インジウム粉末とその製法を提供する。

【構成】塩化インジウムおよび塩化スズの混合水溶液とアンモニウム炭酸塩とを混合し、温度5°C~95°C、最終pH2~8の条件下でインジウムとスズの水酸化物を共沈させ、該沈殿を加熱分解をすることにより、組成比Sn/Inが0.005~0.3であり、比表面積(BET値)が10m²/g以上、比抵抗が70Ωcm以下であって、不純物の塩素が0.1%以下、ナトリウムおよびカリウムが10ppm以下、遊離のインジウムおよびスズが10ppm以下である超微粒低抵抗スズドーパ酸化インジウム粉末(ITO粉末)を得る。

【効果】上記ITO粉末は、粒径が0.08μm以下、好ましくは0.03μm以下の超微粒子であり、しかも比抵抗が70Ωcm以下、好ましくは15Ωcm以下の高導電性を有するので、この粉末を分散させた樹脂や塗料は優れた透明性および導電性を有し、変色などの経時変化のない樹脂や導電性塗膜が得られる。

ろ、樹脂の色は全く変化せず安定であった。また、このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で調製した塗料によって、厚さ1.4 μ mの塗膜を形成した。この塗膜のヘーズ値は8.0%であり、表面抵抗は $9.1 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0014】実施例3

実施例1と同様にして調製したInCl₃溶液に、SnCl₄・60wt%水溶液66gを加えてInCl₃-SnCl₄(Sn/In比:0.10)混合溶液を調製した。一方、1400gのNH₄HCO₃をイオン交換水に溶解して液量9リットル、温度95°Cに調整した。この水溶液に上記InCl₃-SnCl₄液の全量を攪拌しながら約10分間滴下し、さらに希塩酸を添加して最終pHを6.0に調整した。その後、実施例1と同様にして沈殿物を回収し、濾過、乾燥し、950°Cで30分間焼成した後に粉碎してITO粉末217gを得た。この粉末の比表面積は25.6m²/g、平均一次粒径は0.029 μ mであり、比抵抗(圧粉体50Kg/cm²)は1.3 Ω cmであった。またこの粉末の超音波溶出試験の結果は、Cl:6ppm、InおよびSnは1ppm以下であり、Na、Kは検出されなかった。このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で、ビニル樹脂に混練してプレスした後に高温高湿試験を行ったところ、樹脂の色は全く変化せず安定であった。また、このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で調製した塗料によって、厚さ1.2 μ mの塗膜を形成した。この塗膜のヘーズ値は9.4%であり、表面抵抗は $7.4 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0015】実施例4

実施例1と同様にして調製したInCl₃溶液に、SnCl₄・60wt%水溶液3.3gを加えて、InCl₃-SnCl₄(Sn/In比:0.005)混合溶液を調製した。一方、1400gのNH₄HCO₃をイオン交換水に溶解して液量9リットル、温度95°Cに調整した。この水溶液に上記InCl₃-SnCl₄液の全量を攪拌しながら約10分間滴下し、更に希塩酸を添加して最終pHを8.0に調整した。その後、実施例1と同様にして沈殿物を回収し、濾過、乾燥し、600°Cで30分間焼成した後に粉碎してITO粉末230gを得た。この粉末の比表面積は25.6m²/g、平均一次粒径は0.029 μ mであり、比抵抗(圧粉体50Kg/cm²)は60 Ω cmであった。また、この粉末の超音波溶出試験の結果は、Cl:390ppm、In:9ppm、Sn:7ppmであり、Na、Kは検出されなかった。このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で、ビニル樹脂に混練してプレスした後に高温高湿試験を行ったところ、樹脂の色は全く変化せ

ず安定であった。また、このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で調製した塗料によって、厚さ1.2 μ mの塗膜を形成した。この塗膜のヘーズ値は9.4%であり、表面抵抗は $2.1 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0016】比較例1

NH₄HCO₃をNaOH、250gに変更した以外は実施例1と同様にして共沈反応を実施した。このときの最終pHは7.4であった。引き続き実施例1と同様にして沈殿を洗浄し、乾燥、焼成してITO粉末220gを得た。この粉末の比表面積は28.1m²/g、平均一次粒径は0.029 μ mであり、比抵抗(圧粉体50Kg/cm²)は100 Ω cmであった。また、この粉末の超音波溶出試験の結果は、Cl:0.2wt%、In:0.05wt%、Sn:0.01wt%、Naは0.1wt%であった。このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で、ビニル樹脂に混練してプレスした後に、高温高湿試験を行ったところ、樹脂の色はやや緑色に変色した。またこのITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で調製した塗料によって厚さ1.4 μ mの塗膜を形成した。この塗膜のヘーズ値は14.6%であり、表面抵抗は $9.7 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0017】比較例2

NH₄HCO₃をNaOH、250gに変更した以外は実施例1と同様にして共沈反応を実施した。このときの最終pHは7.4であった。引き続き、実施例1と同様にして沈殿を洗浄し、乾燥後、950°Cで焼成してITO粉末220gを得た。この粉末の比表面積は4cm²/g、平均一次粒径は0.25 μ mであり、比抵抗(圧粉体50Kg/cm²)は10 Ω cmであった。またこの粉末の超音波溶出試験の結果は、Cl:0.12wt%、In:0.05wt%、Sn:0.01wt%、Naは0.1wt%であった。このITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で、ビニル樹脂に混練してプレスした後に高温高湿試験を行ったところ、樹脂の色はやや緑色に変色した。またこのITO粉末を用い、実施例1と同一の条件で調製した塗料によって、厚さ1.4 μ mの塗膜を形成した。この塗膜のヘーズ値は22.3%であり、表面抵抗は $9.7 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0018】

【発明の効果】本発明のITO粉末は、比表面積(BET値)が10m²/g以上、比抵抗が70 Ω cm以下、好ましくは比表面積(BET値)が25m²/g以上、比抵抗が15 Ω cm以下であり、この粉末を分散させた樹脂や塗料は優れた透明性および導電性を有し、変色などの経時変化のない樹脂や導電性塗膜が得られる。

This Page Blank (uspto)